

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

# BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

EP99/5703



4

REC'D 04 OCT 1999	
WIPO	PCT

## Bescheinigung

Die BASF Aktiengesellschaft in Ludwigshafen/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Kunststoffe mit lang andauernder Duftwirkung"

am 7. August 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Das angeheftete Stück ist eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlage dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole C 08 J, A 61 K und C 11 B der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 13. August 1999

Deutsches Patent- und Markenamt

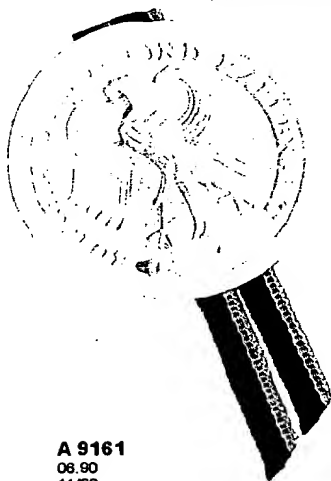
Der Präsident

Im Auftrag

*Wehner*

Aktenzeichen: 198 42 203.2

Wehner



**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

BASF Aktiengesellschaft

07. August 1998  
NAE19980368 IB/RW/rg

5

10

### Kunststoffe mit lang andauernder Duftwirkung

15

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung duftender Kunststoffe, den duftenden Kunststoff selbst, sowie eine Formmasse und einen Gegenstand die den duftenden Kunststoff enthalten.

20

Im Stand der Technik bestehen seit längerem Bemühungen, Kunststoffe herzustellen, die duften. Dabei treten in der Praxis erhebliche Probleme auf. Mischt man den vorgesehenen Kunststoff mit der erforderlichen Menge eines gewünschten Duftstoffs, beispielsweise ein Parfüm, und verarbeitet die Mischung anschließend zu Formteilen, dann verdampft der überwiegende Teil des Duftstoffs oder wird thermisch abgebaut. Bei dem tatsächlich im Kunststoff verbliebenen Anteil des Duftstoffs besteht zusätzlich die Gefahr, daß sich der Duftstoff nach dem Abkühlen und Verfestigen des Kunststoffs von

25

diesem abtrennt. Als Folge davon tritt der Duftstoff auf die Oberfläche des verfestigten Kunststoffs aus und verleiht dieser ein "fettes", unansehnliches und deformiertes Aussehen. Außerdem sind durch dieses Verfahren hohe Verluste des teuren Duftstoffs unvermeidbar.

30

Um diese Nachteile zu vermeiden, ist im Stand der Technik durch die DE-A-16 94 055 bekannt geworden, ein Siliciumdioxidpulver als Trägerstoff mit einem flüssigen Duftstoff zu vermischen, bis das erhaltene Gemisch Klümpchen bildet. Zu diesen Klümpchen gibt man nochmals Siliciumdioxidpulver

mit einem geringeren scheinbaren spezifischen Gewicht als das des zunächst verwendeten Siliciumdioxids und bildet Klümpchen einer Größe von nicht mehr als 0,05 mm. Diese werden dann mit dem Kunststoff gemischt.

5    Nachteilig bei diesem Verfahren ist, daß in dem so verarbeiteten Kunststoff ein anorganischer Feststoff enthalten ist, der die Materialeigenschaften des Kunststoffs, wie Schlagzähigkeit und Transparenz, nachteilig beeinflussen kann.

10   Die DE-A-37 21 916 geht von pulverförmigen porösen Trägerstoffen aus, die sowohl anorganischer wie auch organischer Herkunft in Form von Kunststoffen oder Kunststoffgemischen sein können. Der gewünschte Duftstoff wird an den porösen Trägerstoff adsorbiert und mit einem Kunststoff zur Weiterverarbeitung durch z.B. Extrudieren vermischt.

15   Während der Verarbeitung der Kunststoffe erfolgt die Diffusion des Duftstoffs in die Polymermatrix. Nachteilig ist dabei, daß auch diese Diffusion des Duftstoffs in die Polymermatrix während der Verarbeitung zu einem Duftstoffverlust führen kann, da der Duftstoff bedingt durch die Porosität  
20   des jeweiligen Trägermaterials in den Poren des Trägers eher adsorbiert als absorbiert wird.

---

Ausgehend von diesem Stand der Technik lag der vorliegenden Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren, das eine wirtschaftliche Herstellung  
25   duftender Kunststoffe mit lang andauernder Duftwirkung ermöglicht und diesen duftenden Kunststoff selbst bereitzustellen.

Gelöst wird diese Aufgabe durch ein Verfahren, bei dem ein zerkleinertes oder feinteiliges homogenes erstes Polymermaterial mit einem gewünschten  
30   Duftstoff gemischt, über einen vorherbestimmten Zeitraum aufquellen gelas-

sen und anschließend aufgeschmolzen und homogenisiert wird. Durch das Mischen und Quellen lassen des zerkleinerten oder feinteiligen homogenen ersten Polymermaterials mit dem gewünschten Duftstoff über einen vorherbestimmten Zeitraum kann der Duftstoff in jedes der Partikel des ersten  
5 Polymermaterials einziehen. Die Polymerpartikel werden mit dem Duftstoff regelrecht beladen. Entsprechend wird unter Aufquellen lassen im Sinne der vorliegenden Erfindung das Aufsaugen des Duftstoffs in die Polymermatrix des als Träger verwendeten ersten Polymers verstanden. Dazu ist es Voraussetzung, daß das erste Polymermaterial homogen verteilt vorliegt. Bei  
10 porösem Material würden - wie Stand der Technik - nur mit Duftstoff gefüllte Poren entstehen, ohne den Polymerverbund selbst zu beladen.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens kann das erste Polymermaterial nach dem Aufquellen lassen mit dem Duftstoff mit einem zweiten Kunststoffmaterial gemischt und dann aufgeschmolzen und homogenisiert werden. Es bildet sich so eine kompakte Masse, die  
15 das duftende Polymermaterial zusammen mit dem zweiten Kunststoffmaterial in homogener Verteilung aufweist. Bei dem ersten und zweiten Material wurde im Sinne dieser Erfindung zwischen erstem Polymermaterial als  
20 Trägermaterial und zweitem Kunststoffmaterial unterschieden, um deutlich zu machen, daß das erste Polymermaterial zwar ein thermoplastischer Kunststoff sein kann, aber nicht zwangsläufig sein muß.

Das zweite Kunststoffmaterial kann ebenfalls zerkleinert vorliegen, was aber  
25 auch nicht zwangsläufig erforderlich ist.

Das erste Polymermaterial und das zweite Kunststoffmaterial können gleich oder voneinander verschieden sein. Als Duftstoff wird vorzugsweise ein Duftstofföl verwendet.

Das Mischen des ersten Polymermaterials mit diesem Duftstoff oder Duftstofföl kann in einem geschlossenen Behälter durchgeführt werden. Dadurch ist gewährleistet, daß das Duftstofföl vollständig für die Beladung des ersten Polymermaterials zur Verfügung steht und nicht in die Umgebung diffundiert.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform wird das erste Polymermaterial in Form eines feinvermahlenen oder feinteiligen Pulvers verwendet, während das zweite Kunststoffmaterial in Form eines Granulats eingesetzt wird. Zur Herstellung des Pulvers des ersten Polymermaterials eignen sich beispielsweise sprühgetrocknete Polymer- oder Kunststoffdispersionen. Die Mischung aus dem mit dem Duftstoff beladenen ersten Polymerpulver und dem zweiten Kunststoffmaterial in Form eines Granulats kann dann in einem Mischaggregat aufgeschmolzen und homogenisiert werden. Das Aufschmelzen in dem Mischaggregat kann beispielsweise in einem Extruder durchgeführt werden. Nach dem Homogenisieren kann die resultierende Schmelze granuliert werden.

Vorzugsweise wird als erstes Polymermaterial ein Kautschuk verwendet. Dieser Kautschuk kann beispielsweise ein Polyacrylat- oder ein Polybutadienkautschuk bzw.- Kautschukpulver sein. Es wurden auch gute Ergebnisse bei Verwendung von gemahlenem Superabsorbermaterial erzielt.

Die Erfindung betrifft auch den duftenden Kunststoff selbst, der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhalten wurde. Die Erfindung betrifft außerdem eine Formmasse, die einen solchen duftenden Kunststoff enthält. Je nach Duftstoffanteil im fertigen Kunststoff, der beispielsweise als Granulat vorliegt, kann dieser auch als Masterbatch eingesetzt werden. Der höhere Duftstoffanteil kann beispielsweise durch das Verändern des Mischungsver-

hältnisses aus erstem Polymermaterial und zweitem Kunststoffmaterial erreicht werden.

Die Erfindung betrifft außerdem einen Gegenstand, der den duftenden Kunststoff und/oder die den duftenden Kunststoff aufweisende Formmasse enthält.

Im folgenden soll die Erfindung anhand von Beispielen näher erläutert werden.

10

Tabelle 1 zeigt die bei der Herstellung der duftenden Kunststoffe verwendeten Materialien, wobei als Duftstoff Citral und Citronellol eingesetzt wurden. Das erste Polymermaterial besteht aus einem sprühgetrockneten Polybutadien- und Polyacrylatkautschuk. Diese getrockneten Kautschuke wurden zu 200 g in ein 1000 ml Schraubdeckelglas gefüllt und mit 10 oder 20% des Duftstoffes Citral oder Citronellol versetzt. Die Gläser wurden dann 48 h lang auf einem Rolltisch gerollt. Dabei wurde der Duftstoff homogen in den Kautschuk eingemischt.

20

Der so vorbehandelte Kautschuk wurde zum einen mit einem Styrol-Acrylnitrilpolymer, mit einem Schmelzindexwert MVI (220°/10 kg) von 62 g/10 min zu 10 oder 20% abgemischt und ein anderesmal mit Polyamid 6, mit einem Schmelzindexwert MVI (275°/5 kg) von 120 g/10 min im gleichen Mischungsverhältnis. Dann wurde die Kautschuk-Granulatmischung auf einem Laborextruder mit gegensinnig drehenden Schneckenwellen konfektioniert. Dabei wurden folgende Maschinenparameter eingestellt:

Schneckendrehzahl: 200 Upm  
 Temperaturen: 30; 220; 220; 220; 220°C  
 30 Durchsatz: 1,5 kg/h



Tabelle 1:

Versuch	1. Polymermaterial	Duftstoff	Menge %	2. Kunststoffmaterial	Menge %	Farbe
1	Polybutadien	Citral	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	10	leicht gelblich
2	Polybutadien	Citral	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	20	leicht gelblich
3	Polybutadien	Citral	20	Polyamid 6	10	gelb bräunlich
4	Polybutadien	Citral	20	Polyamid 6	20	gelb bräunlich
5	Polybutadien	Citronellol	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	10	schwach gelblich
6	Polybutadien	Citronellol	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	20	schwach gelblich
7	Polybutadien	Citronellol	20	Polyamid 6	10	schwach gelblich
8	Polybutadien	Citronellol	20	Polyamid 6	20	schwach gelblich
9	Polyacrylat	Citral	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	10	leicht gelblich
10	Polyacrylat	Citral	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	20	gelblich
11	Polyacrylat	Citral	20	Polyamid 6	10	orange gelb
12	Polyacrylat	Citral	20	Polyamid 6	20	orange gelb
13	Polyacrylat	Citronellol	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	10	leicht gelblich
14	Polyacrylat	Citronellol	10	Styrol-Acrylnitrilpolymer	20	leicht gelblich
15	Polyacrylat	Citronellol	20	Polyamid 6	10	leicht gelblich
16	Polyacrylat	Citronellol	20	Polyamid 6	20	leicht gelblich

BASF Aktiengesellschaft

07. August 1998  
NAE19980368 IB/RW/rg

### Patentansprüche

5

1. Verfahren zur Herstellung duftender Kunststoffe, bei dem ein zerkleinertes oder feinteiliges, homogenes erstes Polymermaterial mit einem gewünschten Duftstoff gemischt, über einen vorherbestimmten Zeitraum aufquellen gelassen und anschließend aufgeschmolzen und homogenisiert wird.

10

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das erste Polymermaterial nach dem Aufquellen lassen mit dem Duftstoff mit einem zweiten Kunststoffmaterial gemischt wird.

15

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das erste Polymermaterial und das zweite Kunststoffmaterial gleich oder voneinander verschieden sind.

20

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, ~~daß als Duftstoff ein Duftstofföl verwendet wird.~~

25

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischen und Aufquellen lassen des ersten Kunststoffs mit dem Duftstoff in einem geschlossenen Behälter durchgeführt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das erste Polymermaterial in Form eines Pulvers mit dem Duftstoff gemischt, aufquellen gelassen und anschließend mit dem zweiten Kunst-

stoffmaterial in Form eines Granulats in einem Mischaggregat aufgeschmolzen und homogenisiert wird.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet,  
5 daß als erstes Polymermaterial ein Kautschuk verwendet wird.
  8. Duftender Kunststoff, erhalten nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 7.
  - 10 9. Formmasse, die einen duftenden Kunststoff nach Anspruch 8 enthält.
  10. Gegenstand, der einen duftenden Kunststoff gemäß Anspruch 8 und/oder eine Formmasse gemäß Anspruch 9 enthält.
-

BASF Aktiengesellschaft

07. August 1998  
NAE19980368 IB/RW/rg3

5

### Zusammenfassung

10

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung duftender Kunststoffe, bei dem von einem feinteiligen, homogenen Polymermaterial ausgegangen wird, das in einem geschlossenen Behälter mit einem Duftstoff gemischt und  
15 aufquellen gelassen wird. Anschließend wird es mit einem Kunststoffmaterial gemischt, aufgeschmolzen und homogenisiert. Es kann mittels eines Extruders zu beliebigen duftenden Formteilen verarbeitet werden.

Die Erfindung betrifft auch den duftenden Kunststoff, der nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellt worden ist und eine Formmasse oder  
20 einen Gegenstand, welche den duftenden Kunststoff enthalten.

---